

⑤ Int. Cl. 3 = Int. Cl. 2

Int. Cl. 2:

**B 29 B 1/04**

C 08 L 23/00

C 08 K 7/04

⑱ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

**DEUTSCHES PATENTAMT**



**DE 28 50 155 A 1**

⑪

# **Offenlegungsschrift 28 50 155**

⑫

Aktenzeichen:

P 28 50 155.5

⑬

Anmeldetag:

18. 11. 78

⑭

Offenlegungstag:

4. 6. 80

⑮

Unionspriorität:

⑮ ⑯ ⑰

①

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung kleinteiliger, mit faserförmigen Additiven versehener Polyolefin-Formmassen und deren Verwendung zur Herstellung von Formkörpern

②

Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen

③

Erfinder:

Theysohn, Rainer, Dipl.-Chem. Dr., 6700 Ludwigshafen;  
Zeitler, Gerhard, Dipl.-Chem. Dr., 6711 Hessheim;  
Pfirrmann, Günther, Dipl.-Chem. Dr.; Seiler, Erhard, Dipl.-Chem. Dr.;  
6700 Ludwigshafen

**DE 28 50 155 A 1**

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen kleinteiliger, mit faserförmigen Additiven versehener Polyolefin-Formmassen, die aufgebaut sind aus

a) 100 Gew.-Teilen eines kleinteiligen, teilkristallinen Polyolefins, das einen mittleren Teilchendurchmesser im Bereich von 10 bis 5 000,  $\mu\text{m}$  hat und eine Grenzviskosität  $[\eta]$ , gemessen in Decalin bei 130°C, im Bereich von 0,5 bis 15 aufweist,

b) 2 bis 150 Gew.-Teilen eines faserförmigen Additivs, das einen mittleren Teilchendurchmesser von 0,001 bis 200,  $\mu\text{m}$  hat, eine mittlere Faserlänge von 1 bis 5 000,  $\mu\text{m}$  aufweist und eine Erweichungstemperatur besitzt, die mindestens 50°C über dem Kristallit-schmelzpunkt des Polyolefins liegt sowie

c) 0 bis 5 Gew.-Teilen eines üblichen Haftvermittlers auf Silan- oder Titanat-Basis sowie

d) - gegebenenfalls - üblichen Mengen üblicher anderer Zusatz- bzw. Hilfsstoffe,

dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten (a) und (b) sowie - gegebenenfalls - (c) und/oder (d)

in einer ersten Arbeitsstufe (I) in einem Mischer - gegebenenfalls unter Zu- oder Abfuhr kalorischer Wärme - mischt, wobei

in einer ersten Unterstufe (I.1) bei einer Mischintensität im Bereich von 100 bis 600 W/l Nutzinhalt innerhalb einer Zeitspanne von 2 bis 30 Minuten von

187/78 Fre/BL 16.11.1978

5 Umgebungstemperatur - die unterhalb der Kristallit-  
schmelztemperatur des Polyolefins (a) liegt und ins-  
besondere Raumtemperatur ist - auf die Kristallit-  
schmelztemperatur des Polyolefins (a) bringt; unmit-  
telbar darauf

10 im Verlauf einer zweiten Unterstufe (I.2) auf eine  
Mischintensität übergeht, die 0,3 bis 0,8 mal so groß  
ist, wie die Mischintensität in der ersten Unterstufe  
(I.1), und innerhalb einer Zeitspanne von 0,1 bis  
20 Minuten von der Kristallitschmelztemperatur des  
Polyolefins (a) auf eine 3 bis 40<sup>o</sup> C darüber liegende  
Temperatur bringt; unmittelbar hiernach

15 in einer zweiten Arbeitsstufe (II) innerhalb einer  
Zeitspanne von 0,5 bis 30 Sekunden aus dem Mischer  
austrägt und innerhalb von 120 Sekunden auf eine Tem-  
peratur unterhalb der Kristallitschmelztemperatur des  
20 Polyolefins (a) bringt.

2. Verwendung kleinteiliger, mit faserförmigen Additiven  
versehener Polyolefin-Formmassen nach Anspruch 1 zur  
Herstellung von Formkörpern nach üblichen Spritzguß-,  
25 Extrusions- und Hohlkörperblasverfahren.

30

35

BASF Aktiengesellschaft

-7-

O. Z. 0050/033528

Verfahren zur Herstellung kleinteiliger, mit faserförmigen Additiven versehener Polyolefin-Formmassen und deren Verwendung zur Herstellung von Formkörpern

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung kleinteiliger mit faserförmigen Additiven versehener Polyolefin-Formmassen. Diese sind aufgebaut aus (a) 100 Gew.-Teilen eines kleinteiligen, teilkristallinen Polyolefins, das einen mittleren Teilchendurchmesser im Bereich von 10 bis
- 10 5 000,  $\mu\text{m}$  hat und eine Grenzviskosität  $[\eta]$ , gemessen in Decalin bei  $130^{\circ}\text{C}$ , im Bereich von 0,5 bis 15 aufweist, (b) 2 bis 150 Gew.-Teilen eines faserförmigen Additivs, das einen mittleren Teilchendurchmesser von 0,001 bis 200,  $\mu\text{m}$  hat, eine mittlere Faserlänge von 1 bis 5 000,  $\mu\text{m}$  aufweist
- 15 und eine Erweichungstemperatur besitzt, die mindestens  $50^{\circ}\text{C}$  über dem Kristallitschmelzpunkt des Polyolefins liegt, (c) 0 bis 5 Gew.-Teilen eines üblichen Haftvermittlers auf Silan- oder Titanat-Basis sowie (d) - gegebenenfalls - übliche Mengen üblicher anderer Zusatzstoffe bzw. Hilfsstoffe.
- 20

Bei derartigen ungeformten Polyolefin-Formmassen, die mit faserförmigen Additiven versehen sind, handelt es sich um Massen, die in üblichen Verfahren, wie z.B. Spritzguß oder Extrusion zu geformten Polyolefin-Formkörpern, die mit dem

25 Additiv gefüllt sind, verarbeitet werden können.

Die Ausrüstung von Polyolefinmassen mit faserförmigen Ad-

ditiven, wie z.B. mit anorganischen Füllstoffen mit faserförmiger Struktur ist ein bewährtes Verfahren zur Erzielung günstiger Produkteigenschaften, wie größere Zug- und Biegefestigkeit, bessere Dimensionsstabilität, geringerer Wärmeausdehnungskoeffizient oder höhere Steifigkeit.

Die Einbringung geeigneter faserförmiger Additive in Polyolefine geschieht in der Praxis so, daß das Polymere zunächst, z.B. auf Extrudern aufgeschmolzen wird und der faserförmige Füllstoff dann in die Schmelze zudosiert wird. Nachteile dieses Verfahrens sind einmal der hohe Energieaufwand, der zum Aufschmelzen des Polyolefins und zum Schmelzmischen mit dem Additiv notwendig ist, zum anderen der erhebliche technische Aufwand, der bei der exakten Dosierung und kontinuierlichen Förderung der oftmals zum Blocken oder zur Brückenbildung neigenden faserförmigen Füllstoffe getrieben werden muß. Daneben tritt, vor allem bei anorganischen faserförmigen Füllstoffen, ein nicht unerheblicher Verschleiß im Bereich der Einzugszonen der Verarbeitungsmaschinen auf.

Nicht geeignet ist dieses Verfahren z.B. bei den aus Kostengründen interessanten faserförmigen Additiven auf Mineral-, Basalt- oder Schlackenbasis, da solche - meist für Isolierzwecke angebotenen Produkte - nur als nicht dosierfähige Watte oder in watteähnlicher Form zur Verfügung stehen. Weiterhin ist das o.g. übliche Einarbeitungsverfahren nicht zweckmäßig bei solchen Polyolefinen, die wegen ihres hohen Molekulargewichtes oder wegen partieller Vernetzung durch die bei der Einarbeitung zwangsläufig auftretenden hohen Schwerkraft irreversibel geschädigt werden.

2850155

Aufgabe war es daher, ein kostengünstiges, apparativ einfaches und exaktes Verfahren zum Einbringen von faserförmigen Additiven in kleinteilige Polyolefin-Formmassen zu entwickeln, das die Nachteile des Standes der Technik vermeidet und zu kleinteiligen gefüllten Formmassen führt, die sich leicht zu homogenen Formkörpern hoher Qualität verarbeiten lassen.

Die Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man die Komponenten (a) - kleinteiliges, teilkristallines Polyolefin - (b) - faserförmiges Additiv - und gegebenenfalls (c) - Haftvermittler sowie (d) - andere Zusatz- und Hilfsstoffe - in einer ersten Arbeitsstufe (I) in einem Mischer - gegebenenfalls unter Zu- oder Abfuhr kalorischer Wärme - mischt, wobei in einer ersten Unterstufe (I.1) bei einer Mischintensität im Bereich von 100 bis 600 W/l Nutzinhalt innerhalb einer Zeitspanne von 2 bis 30 Minuten von Umgebungstemperatur - die unterhalb der Kristallitschmelztemperatur des Polyolefins (a) liegt und insbesondere Raumtemperatur ist - auf die Kristallitschmelztemperatur des Polyolefins (a) bringt; unmittelbar darauf im Verlauf einer zweiten Unterstufe (I.2) auf eine Mischintensität übergeht, die 0,3 bis 0,8 mal so groß ist, wie die Mischintensität in der ersten Unterstufe (I.1), und innerhalb einer Zeitspanne von 0,1 bis 20 Minuten von der Kristallitschmelztemperatur des Polyolefins (a) auf eine 3 bis 40°C darüber liegende Temperatur bringt, unmittelbar hiernach in einer zweiten Arbeitsstufe (II) innerhalb einer Zeitspanne von 0,5 bis 30 Sekunden aus dem Mischer austrägt und innerhalb von 120 Sekunden auf eine Temperatur unterhalb der Kristallitschmelztemperatur des Polyolefins (a) bringt.

Unter kleinteiligen, kristallinen Polyolefinen (a) werden solche verstanden, die einen Teilchendurchmesser im

030023/0070

- Bereich von 10 bis 5 000, vorzugsweise 100 bis 2 000  $\mu\text{m}$  aufweisen und deren Grensviskosität  $\eta_{sp}/c$  (gemessen nach DIN 53 728 in Decalin bei 130°C) im Bereich von 0,5 bis 15, vorzugsweise 1 bis 10, liegt. Bei den Polyolefinen handelt es sich vorzugsweise um Polyäthylen hoher Dichte (0.93 bis 0.97  $\text{g}/\text{cm}^3$ ), und um Polypropylen, insbesondere um ein solches, das nach dem Verfahren, wie z.B. in der DE-AS 1 217 071 beschrieben, hergestellt wurde, Copolymere von Äthylen und Propylen sofern sie noch kristalline Anteile enthalten sowie um entsprechende Polymere, die bis zu 5 Gew.% Acrylsäure aufgepropft enthalten. Teilkristalline Polyolefine sind solche, bei denen bei der DSC-Analyse zumindest ein scharfer Schmelzpeak auftritt.
- Die faserförmigen Additive (b) sollen einen mittleren Teilchendurchmesser aufweisen von 0,001 bis 200  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 0,01 bis 50  $\mu\text{m}$  und die mittlere Faserlänge soll 1 bis 5 000, vorzugsweise 5 bis 2 000  $\mu\text{m}$  sein (a). Zudem sollen sie einen Schmelz- bzw. Erweichungsbereich besitzen, der mindestens 50°C über dem Kristallitschmelzpunkt des Polyolefins liegt. In Frage kommen z.B. Glasfasern aus A-, E- oder C-Glas, Mineralfasern, Schlackenwolle, Asbestfasern, Kohlenstofffasern, K-Titanatfasern, Holzfasern, Cellulosefasern, Polyamid- oder Polyester- oder Aramid-Fasern.
- Als Haftvermittler (c) kommen die üblichen Silan- und Titanatverbindungen in Betracht, wie sie z.B. von den Firmen Union Carbide Corp. oder Kenrich Petrochemicals Inc. vertrieben werden.
- Als Hilfs- und Zusatzstoffe (d) kommen in Frage: Anorganische und organische Farbpigmente, Stabilisatoren, Verarbeitungshilfsmittel, wie Gleit- und Entformungsmittel, Verträglichkeitsvermittler und Treibmittel.

Die Herstellung der Formmassen kann erfolgen in einem Mischer, in dem die Mischflügel senkrecht zur Mischerachse angeordnet sind und wie er z.B. in der DE-AS 1 054 073 oder DE-AS 1 454 368 beschrieben ist. Derartige Mischer wurden bisher hauptsächlich zur Aufbereitung von nicht-kristallinen Thermoplasten mit breitem Erweichungsbereich, wie PVC oder auch ABS eingesetzt. Sie sind aber auch zum Agglomerieren von schlecht fließfähigen, feinteiligen Polyolefinen mit breiter Kornverteilung geeignet, wobei ein verengtes größeres Kornspektrum und ein höheres Schüttgewicht resultiert, so daß auf diese Weise das Verarbeitungsverhalten verbessert werden kann. Es ist zudem bekannt, daß das Agglomerieren von Kunststoffpartikeln auch in Gegenwart von Zuschlagstoffen geschehen kann. Der Beschreibung der DE-OS 2 302 370 ist zu entnehmen, daß bei der Aufarbeitung von Polyolefinpulvern in schnellaufenden Mixern, die maximale Temperatur 2 bis 13°C unterhalb des Schmelzbereiches des Polyolefins liegen sollte, um ein Verkleben bzw. Verklumpen zu vermeiden.

Überraschend wurde nun gefunden, daß es nach dem erfindungsgemäßen Verfahren möglich ist, auch im Temperaturbereich oberhalb des Kristallitschmelzpunktes des betreffenden Polyolefins zu arbeiten, ohne daß eine nennenswerte Agglomeration oder sogar Klumpenbildung stattfindet, so daß es auf diese Weise möglich ist, faserförmige Additive (b) vollständig an die Polyolefinkomponente zu binden. Es resultieren hierbei feinteilige Formmassen mit ähnlicher Kornverteilung wie das eingesetzte Polymere, die Additive (b) gebunden enthalten und die sich leicht zu Formkörpern weiterverarbeiten lassen.

Weiterhin war es überraschend, daß es mit dem gefundenen Verfahren möglich ist, auch aus Handhabungs- und Dosiergründen für die Thermoplastverarbeitung praktisch nicht



einsetzbare Endlos-Fasern auf Basis Mineralwolle/Steinwolle/  
Schlackenwolle zu zerkleinern, homogen zu verteilen und an  
das Polymere zu binden.

- 5 Die erfindungsgemäße Arbeitsweise ist dadurch gekennzeichnet, daß man in einer ersten Stufe (I.1) das Gemisch aus  
(a) und (b) und gegebenenfalls (c) und/oder (d) mit einer  
Mischintensität von 100 bis 600, vorzugsweise 200 bis 400 W/1  
Nutzinhalt innerhalb von 2 bis 50, vorzugsweise 5 bis 20 Mi-  
10 nuten von Umgebungstemperatur, die üblicherweise Raumtemperatur ist, auf die Kristallitschmelztemperatur des Polyolefins bringt, anschließend im Verlauf einer zweiten Stufe (I.2) auf eine Mischintensität übergeht, die 0,3 bis 0,8,  
vorzugsweise 0,4 bis 0,7 mal so groß ist, wie die Mischintensität bei (I.1) und innerhalb einer Zeitspanne von 0,1  
15 bis 20, vorzugsweise 0,2 bis 10 Minuten, von der Kristallitschmelztemperatur des Polyolefins auf eine 3 bis 40,  
vorzugsweise 5 bis 30°C darüber liegende Temperatur bringt.
- 20 Anschließend wird in einer zweiten Arbeitsstufe (II) das Produkt innerhalb von 0,5 bis 30, vorzugsweise 0,5 bis 10 Sekunden aus dem Mischer ausgetragen und auf eine Temperatur unterhalb des Polymerschmelzpunktes abgekühlt.
- 25 Es besteht aber auch die Möglichkeit, das Produkt ohne weitere Abkühlung durch geeignete Vorrichtungen direkt plastisch weiterzuverarbeiten.

- Eine Ausführungsvariante besteht darin, daß man im Verlauf der zweiten Unterstufe (I.2) noch feinteilige Füllstoffe,  
30 wie calz. Kaolin mit einer mittleren Korngröße von 0,5 µm oder Talkum mit einer mittleren Blättchendicke von 1 µm zugibt, wobei die Menge der feinteiligen Füllstoffe nicht größer sein soll als 30 Gew.% des eingesetzten faserförmigen Additivs.  
35

Unter Mischintensität von 100 bis 600 W/l Nutzinhalt wird verstanden die Energieaufnahme (in Watt) bezogen auf ein Liter Volumen, die die Komponenten (a), (b) und ggf. (c) und/oder (d) im Mischer einnehmen.

5

Das beschriebene Verfahren ist apparativ und energetisch weit weniger aufwendig, als z.B. eine Extruderkonfektionierung. Es erlaubt zudem eine einfache und exakte Einbringung der Komponenten, Additive und Zuschläge ohne komplizierte Dosiertechnik. Darüberhinaus hat das Verfahren den Vorteil, daß es möglich ist, Füllstoffe in ansonsten schwer verarbeitbare Thermoplaste, wie ultrahochmolekulares Polyäthylen, ohne Schädigung der Polymeren einzubringen. Ein weiterer Vorteil ist die problemlose Verwendung von preiswerten Isolierglasfasern in Form von Endlosmatten oder in watteähnlicher Form.

10

15

Die kleinteiligen, mit faserförmigen Additiven versehenen Polyolefin-Formmassen können verwendet werden zur Herstellung von Formkörpern nach den üblichen Spritzguß-, Extrusions- oder Hohlkörperblasverfahren.

20

Die folgenden Beispiele verdeutlichen das oben genannte Verfahren:

25

#### Beispiel 1

Ausgangsmaterial ist ein Gemisch aus (a) 25 kg (entsprechend 100 Gewichtsteilen) eines kleinteiligen Polyäthylens, das einen Teilchendurchmesser im Bereich von 250 bis 2 000,  $\mu\text{m}$  und einen mittleren Teilchendurchmesser von 800,  $\mu\text{m}$  hat, und eine Grenzviskosität  $[\eta]$  von 4,8 aufweist, und (b) 4,41 kg (entsprechend 17,6 Gewichtsteilen) Schnittglasfasern aus E-Glas, die mit einem Haftvermittler und einer Glasfaserschlichte ausgerüstet sind und die einen Teilchen-

30

35

durchmesser von 14,  $\mu\text{m}$  und eine mittlere Länge von 6 mm im Anlieferungszustand aufweisen. Das vorgenannte Gemisch wird (I.) in einer ersten Arbeitsstufe in einem Fluidmischer von 100 l Nutzinhalt - ohne Zu- oder Abfuhr kalorischer Wärme -, (I.1) in einer ersten Unterstufe bei einer Mischintensität von 350 W/l Nutzinhalt innerhalb einer Zeitspanne von 5 Minuten von Umgebungstemperatur (= Raumtemperatur) auf die Kristallitschmelztemperatur des Polyäthylens (a) ( $\approx 138^{\circ}\text{C}$ ) gebracht; unmittelbar darauf (I.2) im Verlauf einer zweiten Unterstufe bei einer Mischintensität, die im Mittel 0,52 mal so groß ist, wie die Mischintensität in der ersten Unterstufe (I.1), innerhalb einer Zeitspanne von 3 Minuten von der Kristallitschmelztemperatur des Polyäthylens (a) auf eine  $12^{\circ}\text{C}$  darüber liegende Temperatur ( $= 150^{\circ}\text{C}$ ) gebracht; und unmittelbar hiernach (II) in einer zweiten Arbeitsstufe innerhalb einer Zeitspanne von 5 Sekunden aus dem Fluidmischer ausgetragen und innerhalb von 30 Sekunden auf eine Temperatur ( $= 75^{\circ}\text{C}$ ) unterhalb der Kristallitschmelztemperatur des Polyäthylens (a) gebracht.

Das erhaltene feinteilige Produkt weist praktisch die gleiche Kornverteilung auf wie das vorgelegte Polymerpulver, die mittlere Glasfaserlänge liegt bei 0,21 mm, wobei 90 - 95 Gew.% der eingesetzten Glasfasern fest an das Polymer gebunden sind.

#### Beispiel 2

Ausgangsmaterial ist ein Gemisch aus (a) 20 kg (entsprechend 100 Gewichtsteilen) eines kleinteiligen Polypropylens, das einen Teilchendurchmesser im Bereich von 25 bis 1 000,  $\mu\text{m}$  und einen mittleren Teilchendurchmesser von 400,  $\mu\text{m}$  hat und eine Grenzviskosität $[\eta]$  von 2,7 aufweist, und (b) 5,0 kg (entsprechend 25 Gewichtsteilen) Mineralfasern in Form einer in Streifen geschnittenen Steinwollmatte, wobei die endlosen

Einzelfasern einen Durchmesser zwischen 10 und 25  $\mu$ m aufweisen und (c) 0,05 kg (entsprechend 0,25 Gewichtsteilen)  $\gamma$ -Aminopropyltriäthoxy-silan (d) 0,1 kg (entsprechend 0,5 Gewichtsteilen) Stabilisator Irganox PS 802 (der Fa. Ciba-Geigy, Basel).

Das vorgenannte Gemisch wird (I.) in einer ersten Arbeitsstufe in einem Fluidmischer von 100 l Nutzinhalt - ohne Zu- oder Abfuhr kalorischer Wärme - (I.1) in einer ersten Unterstufe bei einer Mischintensität von im Mittel 320 W/l Nutzinhalt innerhalb einer Zeitspanne von 4,6 Minuten von Umgebungstemperatur (= Raumtemperatur) auf die Kristallitschmelztemperatur des Polypropylens (a) ( $\approx 160^{\circ}\text{C}$ ) gebracht, unmittelbar hierauf (I.2) im Verlauf einer zweiten Unterstufe bei einer Mischintensität, die im Mittel 0,47 mal so groß ist, wie die Mischintensität in der ersten Unterstufe (I.1), innerhalb einer Zeitspanne von 3,2 Minuten von der Kristallitschmelztemperatur des Polypropylens (a) auf eine  $10^{\circ}\text{C}$  darüber liegende Temperatur ( $= 170^{\circ}\text{C}$ ) gebracht; und unmittelbar hiernach in einer zweiten Arbeitsstufe (II.) innerhalb einer Zeitspanne von 5 Sekunden aus dem Fluidmischer ausgetragen und innerhalb von 50 Sekunden auf eine Temperatur ( $80^{\circ}\text{C}$ ) unterhalb des Kristallitschmelzpunktes des Polypropylens (a) gebracht.

Das Produkt enthält die eingesetzten Mineralfasern vollständig aufgeschlossen, auf eine mittlere Länge von 0,17 mm zerkleinert und zu 98 % bezogen auf die eingesetzte Fasermenge, vollständig gebunden.

### Beispiel 3

Ausgangsmaterial ist ein Gemisch aus (a) 20 kg (entsprechend 100 Gewichtsteilen) eines kleinteiligen acrylsäuregepropften Polypropylens mit einer Säurezahl von 30 (siehe

DE-OS 26 58 810), das ein Teilchendurchmesser im Bereich von 50 bis 1 500 und einen mittleren Teilchendurchmesser von 500  $\mu$ m hat und eine Grenzviskosität  $[\eta]$  von 4 (MI = 0,1, 2,16 kg, 230°C) aufweist, und (b) 5,0 kg (entsprechend 25 Gewichtsteilen) Schnittglasfasern aus E-Glas, die mit einem Haftvermittler und einer Glasfaserschlichte ausgerüstet sind, die einen max. Faserdurchmesser von 14  $\mu$ m haben und im Anfangszustand eine mittlere Länge von 3 mm aufweisen. Das vorgenannte Gemisch wird (I) in einer ersten Arbeitsstufe in einem Fluidmischer von 100 l Nutzinhalt - ohne Zu- oder Abfuhr kalorischer Wärme -, (I.1) in einer ersten Unterstufe bei einer Mischintensität von 345 W/l Nutzinhalt innerhalb einer Zeitspanne von 5,2 Minuten von Umgebungstemperatur (= Raumtemperatur) auf die Kristallit-  
schmelztemperatur des gepfropften Polypropylens (a) (=  $\sim 160^\circ\text{C}$ ) gebracht; unmittelbar darauf (I.2) im Verlauf einer zweiten Unterstufe bei einer Mischintensität, die im Mittel 0,50 mal so groß ist wie die Mischintensität der ersten Unterstufe (I.1), innerhalb einer Zeitspanne von 5 Minuten von der Kristallitschmelztemperatur des modifizierten Polypropylens (a) auf eine  $14^\circ\text{C}$  darüber liegende Temperatur (=  $174^\circ\text{C}$ ) gebracht; und unmittelbar hiernach (II.) in einer zweiten Arbeitsstufe innerhalb einer Zeitspanne von 5 Sekunden aus dem Fluidmischer ausgetragen und innerhalb von 50 Sekunden auf eine Temperatur (=  $80^\circ\text{C}$ ) unterhalb des Kristallitschmelzpunktes von Polypropylen (a) gebracht.

Das feinteilige Produkt hat eine Korngrößenverteilung, die etwas feiner als die des polymeren Ausgangsproduktes ist. Die praktisch vollständig gebundenen Fasern weisen eine mittlere Länge von 0,15 mm auf.

Beispiel 4

Ausgangsmaterial ist ein Gemisch aus

- 5 (a) 16 kg (entsprechend 100 Gewichtsteilen) eines kleinteiligen Polypropylens, das einen Teilchendurchmesser im Bereich von 25 bis 1000,  $\mu\text{m}$  und einen mittleren Teilchendurchmesser von 400,  $\mu\text{m}$  hat und eine Grenzviskosität  $[\eta]$  von 2,7 aufweist, und (b) 4 kg (entsprechend 25 Gewichtsteilen)
- 10 Holzfasern aus Fichte/Tannenholz von einer Faserlänge zwischen 30 und 200,  $\mu\text{m}$  und einer Faserdicke im Bereich von 1 bis 20,  $\mu\text{m}$ , wobei das mittlere l/d-Verhältnis 8 : 1 beträgt. Das vorgenannte Gemisch wird (I.) in einer ersten Arbeits-
- 15 stufe in einem Fluidmischer von 100 l Nutzinhalt - ohne Zuzug und Abfuhr kalorischer Wärme -, (I.1) in einer ersten Unterstufe bei einer Mischintensität von 200 W/l Nutzinhalt innerhalb einer Zeitspanne von 7,5 Minuten von Umgebungstemperatur (= Raumtemperatur) auf die Kristallitschmelztemperatur des Polypropylens (a) (= 160°C) gebracht; unmittelbar
- 20 darauf (I.2) im Verlauf einer zweiten Unterstufe bei einer Mischintensität, die im Mittel 0,52 mal so groß ist, wie die Mischintensität in der ersten Unterstufe (I.1), innerhalb einer Zeitspanne von 1,5 Minuten von der Kristallitschmelztemperatur des Polypropylens (a) auf eine 14°C
- 25 darüber liegende Temperatur (= 174°C) gebracht; und unmittelbar hiernach (II.) in einer zweiten Arbeitsstufe innerhalb einer Zeitspanne von 5 Sekunden aus dem Fluidmischer ausgetragen und innerhalb von 45 Sekunden auf eine Temperatur (= 75°C) unterhalb des Kristallitschmelzpunktes von
- 30 Polypropylen (a) gebracht.

Das feinteilige Produkt ist freifließend, enthält 90 % des eingesetzten Füllstoffs fest gebunden und ist praktisch geruchsneutral. *trc*